

円周磁気異方性を有する複合磁性線に関する研究

著者	佐々木 達治
号	298
発行年	1976
URL	http://hdl.handle.net/10097/11247

氏 名	さ さ き たつ じ 佐 々 木 達 治
授 与 学 位	工 学 博 士
学 位 授 与 年 月 日	昭 和 5 1 年 7 月 7 日
学 位 授 与 の 根 拠 法 規	学 位 規 則 第 5 条 第 2 項
最 終 学 歴	昭 和 3 4 年 3 月 東京工業大学理工学研究科物理学専攻修士課程修了
学 位 論 文 題 目	円周磁気異方性を有する複合磁性線に関する研究
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 高橋 実 東北大学教授 池田 拓郎 東北大学教授 穴山 武 東北大学教授 津屋 昇

論 文 内 容 要 旨

概 要

電子交換機のプログラム蓄積用半固定メモリとして開発されたPMT (Permanent Magnet Twistor) の情報読み出しに、もし、円周方向を磁化容易軸とする円筒状薄膜磁性線を使用するならば、より高速の読み出しが期待できる。したがって、そのような磁性線を量産可能な金属複合の線引技術によって作ることは極めて望ましいが、複合金属を線引した場合に複合磁性線に生ずる磁気異方性についてはほとんど知られていない。

そこで、本研究ではまず複合磁性線に円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性を発生させる線引加工条件と、その磁気異方性の発生起因に関して基礎的な実験ならびに考察を行った。ついで、その結果にもとづき、本研究の目的とした複合磁性線を半固定メモリに適用するため、磁性層の

組成、磁性層を均一に欠陥なく薄膜化する方法、磁性層と芯部の複合条件、複合磁性線の加工および焼鈍条件を詳細に検討し、円周方向を磁化容易軸とする円筒状薄膜磁性線を容易に製作する条件を決定した。

第1章 緒 論

情報書き換え頻度の少ない電子交換機プログラム蓄積用の半固定メモリとして、1959年米国でPMTが開発された。PMTはMoパーマロイテープを直径80 μ mの銅線上に線軸に対して45°の方向にらせん状に巻いた磁性線（ツイスタワイヤ）を情報読み出しに使用しているが、もし、円周方向を磁化容易軸とする円筒状薄膜磁性線を使用するならば、より高速の読み出しが可能となるはずである。円周方向を磁化容易軸とする電着磁性線は既に開発されているが、外部応力による特性変化、腐食による特性劣化など実用化の点で不安がある。これに対して線引加工法による複合磁性線は、電着磁性線よりも特定安定性においてまさるものと予想される。しかし、線引による複合磁性線に円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性を付与する方法についてはほとんど知られていない。

そこで研究者は、線引による複合磁性線の磁気異方性に関し基本的な研究を行い、円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性を発生させる条件と磁気異方性の発生起因を理論的および実験的に明らかにし、複合磁性線を安定に量産製造可能とする条件を確立し、半固定メモリへの適用をはかることにした。

第2章 複合磁性線の磁気異方性との出力電圧

ツイスタワイヤの代わりに複合磁性線を使用した半固定メモリの読み出し原理をFig.1に示す。

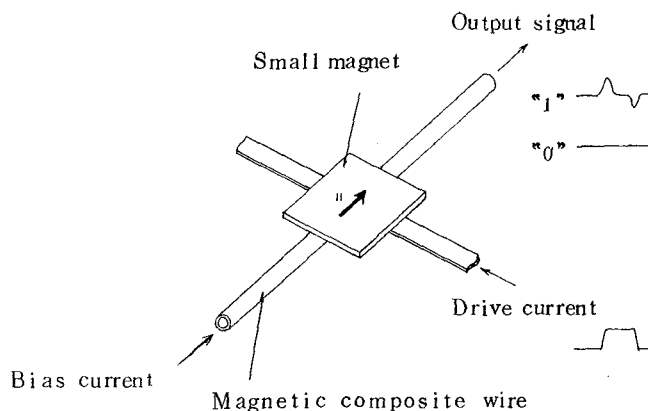


Fig.1 Schematic representation of readout of semi-permanent memory with a magnetic composite wire.

複合磁性線に接近しておかれた微小磁石の着磁状態および消磁状態が、それぞれ2進情報の“0”と“1”に対応する。出力電圧 V_{out} は“0”の状態ではほぼゼロであるが、“1”の状態では複合磁性線に流すバイアス電流 I_b によって変化する。そこで V_{out} 対 I_b 特性が複合磁性線の磁気異方性とどのような関係にあるかを理論的に考究した。

パルス駆動条件を一定とすれば、 V_{out} は近似的に円周方向の磁束変化 $\Delta\Phi$ に比例する。さらに、 I_b による円周方向磁界 H_b のもとで磁化が円周方向となす角を θ_1 、 H_b のもとで線軸方向へのパルス駆動磁界 H_r が加ったとき磁化が円周方向となす角を θ_2 とすれば、 $\Delta\Phi$ は次式のようになり $(\cos\theta_1 - \cos\theta_2)$ に比例する。

$$\Delta\Phi = \Phi_s (\cos\theta_1 - \cos\theta_2) \quad (1)$$

ここに Φ_s は飽和磁束である。また、 I_b は H_b に比例する。したがって、 V_{out} 対 I_b 特性と磁気異方性の関係は、 $(\cos\theta_1 - \cos\theta_2)$ 対 H_b と磁気異方性の関係に帰することができる。 H_b のかゝった状態、および H_b のもとで H_r のかゝった状態の複合磁性線の磁気エネルギーをそれぞれ E_1 、および E_2 とすれば、 θ_1 、および θ_2 は次式に示す平衡条件を解くことによって与えられる。

$$\partial E_1 / \partial \theta_1 = -H_k I_s \sin\theta_1 \cos\theta_1 + H_b I_s \sin\theta_1 = 0 \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \partial E_2 / \partial \theta_2 &= -H_k I_s \sin\theta_2 \cos\theta_2 + H_b I_s \sin\theta_2 \\ &\quad - H_r I_s \cos\theta_2 = 0 \end{aligned} \quad (3)$$

ここに H_k は磁気異方性による異方性磁界、 I_s は飽和磁化である。(2)、(3)式において、 H_b および H_k を H_r で基準化して計算から求めた $(\cos\theta_1 - \cos\theta_2)$ 対 (H_b / H_r) 特性を Fig. 2 に

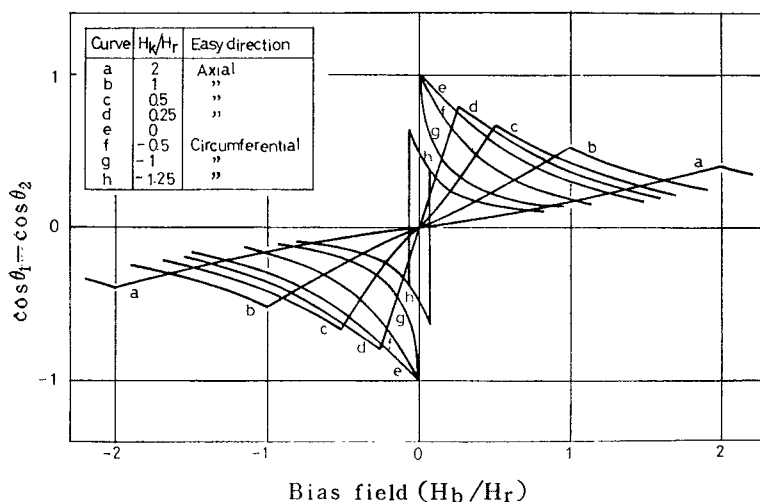


Fig.2 Characteristics of flux change vs bias field.

示す。図にみるように、 H_k が正（線軸方向が磁化容易方向）のときは $H_b = H_k$ のバイアス磁界で $(\cos \theta_1 - \cos \theta_2)$ は最大になり、その値は H_k が小さくなるにつれて大きくなる。一方、 H_k が負（円周方向が磁化容易方向）の場合には、 $-H_r \leq H_k < 0$ の駆動磁界範囲で $H_b = 0$ において $(\cos \theta_1 - \cos \theta_2)$ は最大になる。メモリ素子には小さなバイアス電流でしかも大きい出力電圧の得られることが望ましい。したがって、Fig.2 から円周方向を磁化容易軸とするとごく小さな磁気異方性をもつ複合磁性線が半固定メモリ素子としてすぐれていることがわかる。

第3章 円周方向を磁化容易軸とする複合磁性線

円周方向を磁化容易軸とするとごく小さな磁気異方性をもった複合磁性線を開発するためには、まず複合磁性線の磁性層として結晶磁気異方性と磁歪の小さい、いわゆる高透磁率合金材料を使用することが望ましい。そこで、高透磁率合金としてよく知られている Mo パーマロイ（7.9.5～8.1.5%Ni, 4.0～6.0%Mo, 0.2%Mn, 残 Fe）および Cr パーマロイ（7.9.0～8.3.0%Ni, 3.0～5.0%Cr, 0.2%Mn, 残 Fe）を外径 7.80mm, 内径 7.00mm の管状にしたものを外側とし、直径 6.98mm の銅合金 C.Z.O（0.8%Cr, 0.2%Zr, 残 Cu）を芯部とする複合磁性棒を線引によって外径 0.1mm の複合磁性線（磁性層の厚さ約 5μm）とし、磁気異方性を調べた。その結果、磁気容易方向は Ni 成分量に依存し、最終冷間加工率 99%, 最終焼鈍温度 700℃ のとき、Mo パーマロイでは 8.0.5%Ni 付近、Cr パーマロイでは 8.1.0%Ni 付近を境として、これより Ni 成分の多い組成で円周方向が磁化容易の傾向を示した。さらに、出力電圧 V_{out} の大きい組成は、Mo パーマロイでは 8.1.5%Ni 付近、Cr パーマロイでは 8.3.0%Ni 付近であることがわかった。なお、両者の V_{out} の張力依存性を比較すると、Mo パーマロイが Cr パーマロイにくらべてより安定であった。

次に、8.1.3%Ni—1.3.8%Fe—4.5%Mo—0.4%Mn の組成で厚さ 3, 4, 8μm の磁性層をもつ直径 0.1mm の複合磁性線を作り、ヒステリシス特性および V_{out} 対 I_0 特性を調べた。結果の代表例として、5kg/mm² の張力を線軸方向に加えた状態で 400～800℃, 5sec の最後焼鈍を行った複合磁性線のヒステリシス特性を Fig.3 に、最大出力電圧 $V_{out(max)}$ とそのときのバイアス電流 I_0 の最終焼鈍温度依存性を Fig.4 に示した。Fig.3 から、線引状態では線軸方向を磁化容易軸とする強い磁気異方性が存在するが、500～600℃ で最終焼鈍した磁性層の薄い複合磁性線では、円周方向を磁化容易方向とする傾向が顕著になることがわかる。また、Fig.4 から磁性層の厚さが 3μm の複合磁性線では 500～600℃, 4μm の複合磁性線では 600℃ の最終焼鈍で I_0 が極めて小さくなるが、8μm の複合磁性線では I_0 は小さくならないことがわかる。

実験結果をまとめると、磁性層として 81.3% 付近の Ni を含む Mo パーマロイを使用し、減面率約 99% の最終冷間加工を行い、磁性層の厚さを $3 \sim 4 \mu\text{m}$ とした後、 $2.5 \sim 5 \text{ kg/mm}$ の張力下で $500 \sim 600^\circ\text{C}$ の最終焼鈍を施した複合磁性線がメモリ素子として望ましいことがわかった。

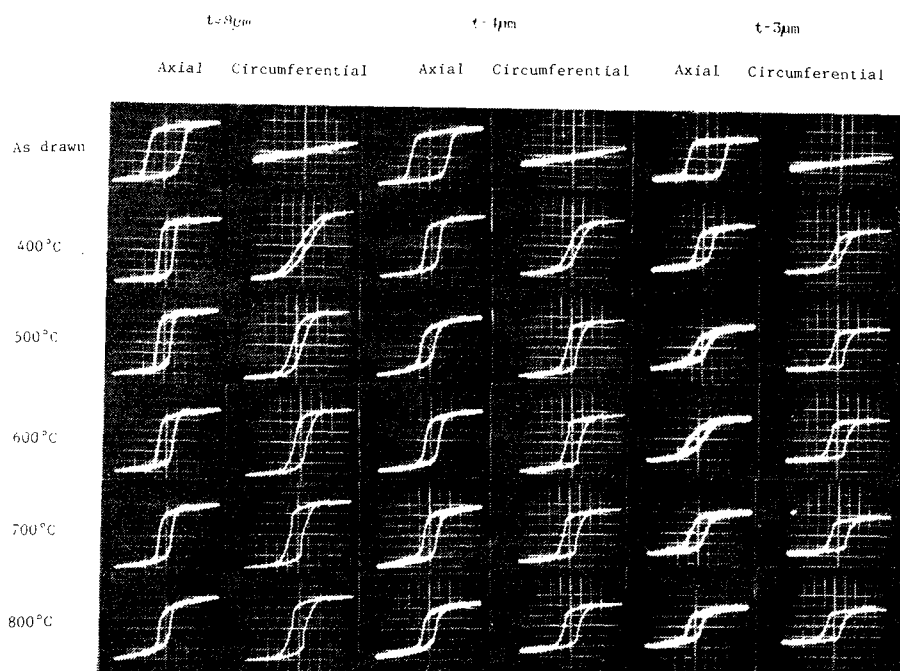


Fig.3 Hysteresis loops of magnetic composite wires.

以上、円周方向を磁化容易軸とする複合磁性線を実現するための加工、熱処理条件が実験的に把握できた。そこで、いかなる原因からこの円周方向を容易軸とする磁気異方性が生じるかを明らかにするため、Mo パーマロイ複合磁性について磁界中熱処理効果、磁性層の繊維組織、内部応力、磁歪等を調べた。その結果、円周方向磁界中の熱処理効果、磁性層の繊維組織の発達によっては円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性は生じないことがわかった。次に、この磁気異方性が内部応力と磁歪の磁気弾性効果によるものか否かを調べるには、磁性層の内部ひずみの様子を知る必要がある。そこで、磁性層の厚さが $4 \mu\text{m}$ の種々の張力下焼鈍を施した複合磁性線の磁性層の厚さ方向の面間隔 $d_{(200)}$ を測定した。結果を Fig.5 に示した。この図にみるように、複合磁性線の $d_{(200)}$ は Mo パーマロイ線のそれと比較して、線引状態では小さいが、 500°C 以上の焼鈍状態では逆に大きくなっている。このことは複合磁性線の磁性層の厚さ方向には線引状態で圧縮ひずみが、 500°C 以上の焼鈍では引張ひずみが存在していることを示す。なお、このひずみは芯部の C Z C と表面の Mo パーマロイの熱膨張係数の差から生じるものとして説明できる。

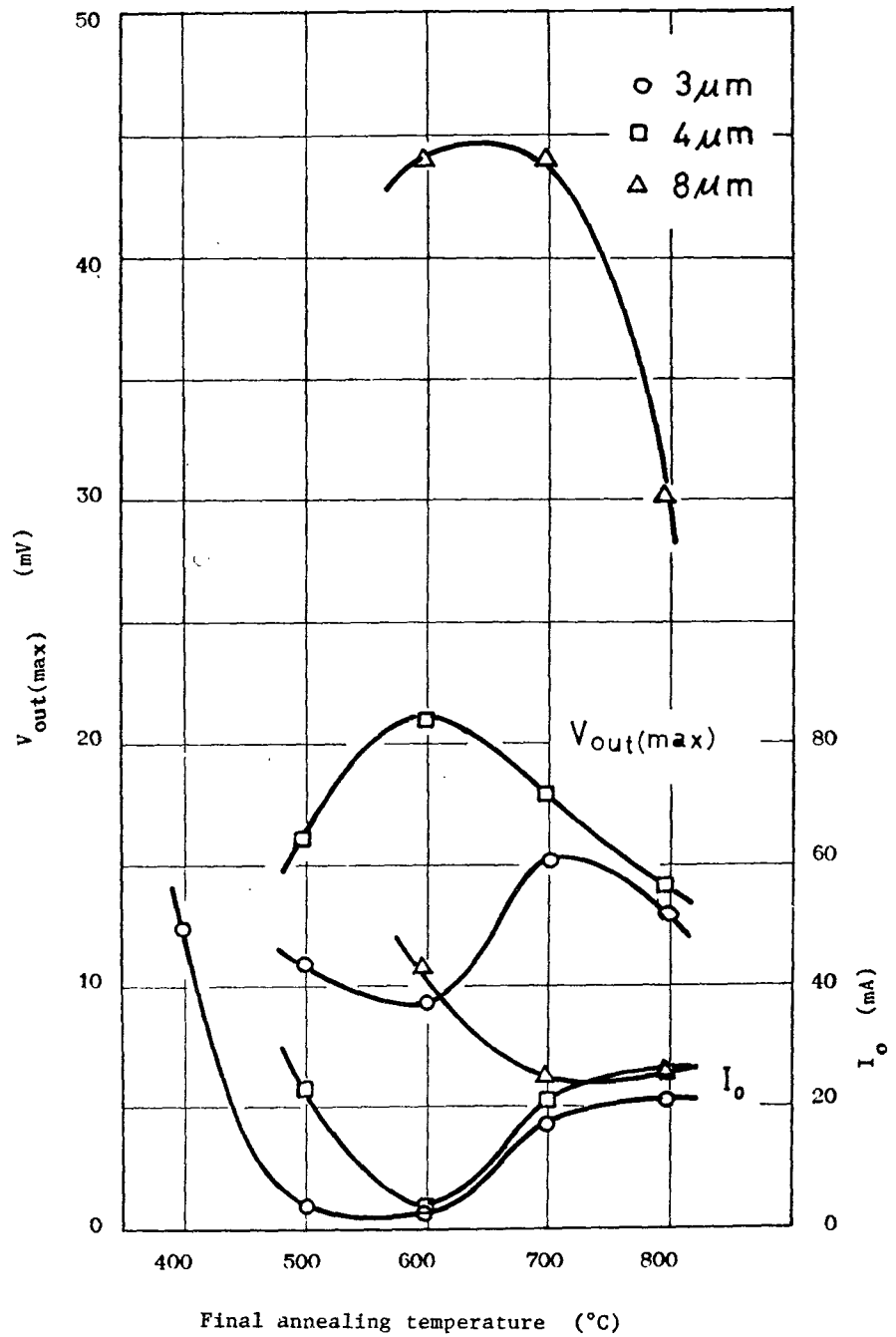


Fig. 4 $V_{out(max)}$ and I_o vs final annealing temperature.

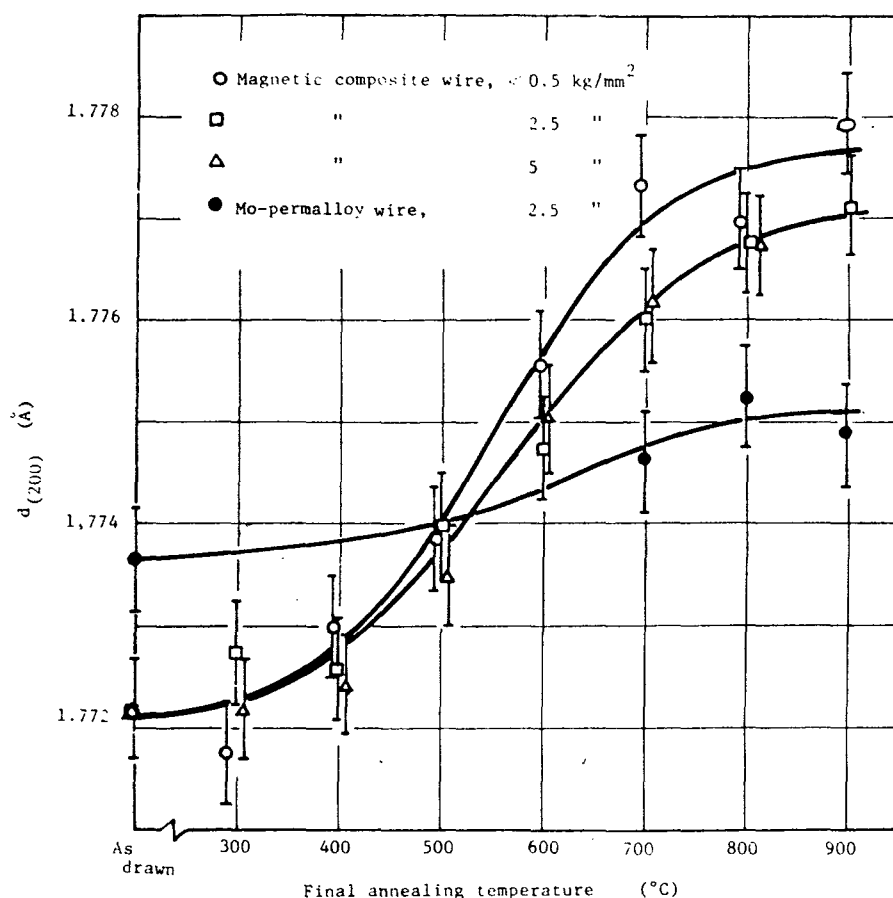


Fig. 5 Lattice spacing of $d_{(200)}$ of the magnetic composite wire and Mo-permalloy wire.

内部ひずみ測定結果から求めた応力 $\sigma_i \doteq 2 \times 10^9 \text{ dyne/cm}^2$ と磁歪の測定値 $\lambda_s \doteq 4 \times 10^{-7}$ を考慮して円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性の大きさを考察すると、この磁気異方性は円周方向を縮み、線軸方向を伸びとする異方的な内部ひずみによる応力と負なる磁歪との結合により生じていることが明らかとなった。

第 4 章 線引による複合磁性線の安定化

円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性が顕著につく磁性層の薄い複合磁性線をメモリ素子に適用すると、情報読み出し速度の高速化に有利である。一方、磁性層を均一にしかも欠陥なく作することは、磁性層の薄いほど困難になる。実際、磁性層の厚さが $3 \mu\text{m}$ より薄くなると、磁性層と芯部との境界の凹凸の深さが部分的に磁性層の厚さと同程度となり、磁性層に割れを生じたり

芯部のOZCが露出したりすることがある。そこで、この問題を解決するため、芯部と磁性層の間に両者の中間の硬さをもつ非磁性の中間層を挿入し、欠陥のない複合磁性線を作ることを検討した。

(1) 中間層と表面欠陥の検討

中間層の材料は、芯部および磁性層の主成分がそれぞれCuおよびNiであることから、両者の合金キュプロニッケル（70% Cu—30% Ni）を選んだ。中間層の厚さは、最終複合線の線径を0.1mmとおさえたとき2μmとなるように考え、まず複合磁性線用素線を作った。次いで、最終冷間加工率を99%とし、最終焼鈍を700℃、2.5 secとして磁性層の厚さが1.5～4μmの複合磁性線を製作し、中間層、磁性層の厚さと表面きずや割れの発生状況の関係を系統的に調べた。その結果、中間層の挿入は表面きずや割れの防止に極めて効果的で、表面欠陥のない磁性層を量産性を考慮して安定に製作するには、中間層の厚さを2μm、磁性層の厚さを2μmとすることが最もよいことがわかった。

(2) 最大出力電圧におよぼす中間層の影響

磁性層の厚さと最大出力電圧 $V_{out(max)}$ の関係におよぼす中間層の効果を調べ、Fig.6に示

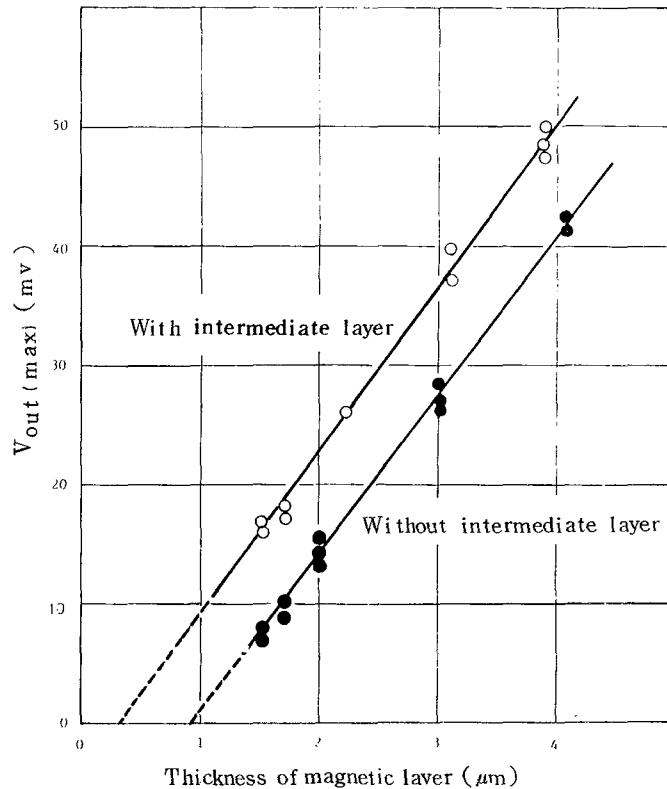


Fig. 6 $V_{out(max)}$ vs magnetic layer thickness.

した。この図にみられるように、 $V_{out(max)}$ に対して無効な磁性層の厚さは中間層のない場合約 $0.9 \mu m$ であるが、中間層の挿入により約 $0.3 \mu m$ まで減少する。したがって、中間層の挿入は出力電圧の改善にも極めて効果的で、かつ磁性層の薄いほどその効果が大きい。

(3) 中間層を挿入した場合の磁性層の Ni 成分と出力電圧の関係

磁性層の Ni 成分と $V_{out(max)}$ の関係を検討した。Mo パーマロイでは Ni 成分が $80.5 \sim 82\%$ で円周方向を磁化容易軸とする磁気異方性は顕著になり $V_{out(max)}$ が大きくなる。そこでこの Ni 成分範囲をさらに詳細に調べることにした。このように狭い Ni 成分範囲の組成判定方法として、新たに磁性合金に応力を印加したときの透磁率の変化率を利用することを種々検討した。その結果、透磁率の変化率と Ni 成分の間には密接な関係があることを見出した。すなわち、トロイダルコアの軸方向に 0.17 kg/mm^2 の圧力を加えることにより、 $\mu_{0.05}$ （磁界 0.05 Oe における透磁率）は $81.1 \sim 81.5\% \text{ Ni}$ に対応して $+1 \sim -1.3\%$ だけ変化した。この方法により $V_{out(max)}$ が最も大きい Ni 組成は $81.3 \pm 0.2\% \text{ Ni}$ の範囲にあることがわかった。

(4) 加工および焼鈍条件と出力電圧の関係

磁性層、中間層、さらに芯部から成る外径 7 mm の複合棒の拡散接合温度は、接合強度のほかに $V_{out(max)}$ 最大の条件から 850°C が最適で、外径 1 mm までの中間焼鈍温度は 750°C が最適である。最終冷間加工率は大きい方が高い $V_{out(max)}$ を与えるが、大き過ぎると磁性層に割れが発生しやすくなる。なお、最終焼鈍条件は 2.5 kg/mm^2 の線軸方向張力のもとで、 700°C 、 2.5 sec の焼鈍が高い $V_{out(max)}$ を与えた。

以上の結果を総合すると、まず Ni 組成が $81.3\% \pm 0.2\%$ の Mo パーマロイ層と銅合金芯部の中間にキュプロニッケル層を挿入したのち、 850°C で拡散接合した複合磁性線用素線を作り、次いでこの素線を線径 0.1 mm まで線引加工（中間焼鈍温度 750°C 、最終冷間加工率 99% ）し、最後に 2.5 kg/mm^2 の線軸方向張力下で 700°C 、 2.5 sec の焼鈍を施すことによって、磁性層が $2 \mu m$ と薄いにもかかわらず表面に欠陥がなく、しかも出力電圧の大きい複合磁性線を安定に作れることがわかった。

第 5 章 複合磁性線の実用化に関する研究

第 4 章の研究結果より、磁性層（ $81.3\% \text{ Ni} - 14.0\% \text{ Fe} - 4.3\% \text{ Mo} - 0.4\% \text{ Mn}$ ）の厚さ $2 \mu m$ 、中間層の厚さ $2 \mu m$ 、直径 0.1 mm の複合磁性線を約 90 km 製作し、出力電圧の再現性・安定性を検討した。

実用化試験のレベルで、この磁性線は立上り時間 50 ns のパルス駆動で渦電流損失の影響はほとんどみられず、 $V_{out(max)}$ は $20.5 \sim 28.5 \text{ mV}$ 、 I_0 は $1 \sim 12 \text{ mA}$ 、バイアス電流 30 mA における出力電圧 $V_{out(30 \text{ mA})}$ は $16.5 \sim 24.5 \text{ mV}$ の範囲にあった。なお、特性の再現

性は良好で、実用上の引張り、曲げ、温度変化に対して出力電圧の変化は10%以下であった。

この複合磁性線を使用した約8万ビットの記憶モジュール（Fig.7 参照）を2個含むRWM（Read-Only Composite Wire Memory）と称する半固定メモリはサイクル時間500nsで安定に動作することが確認された。

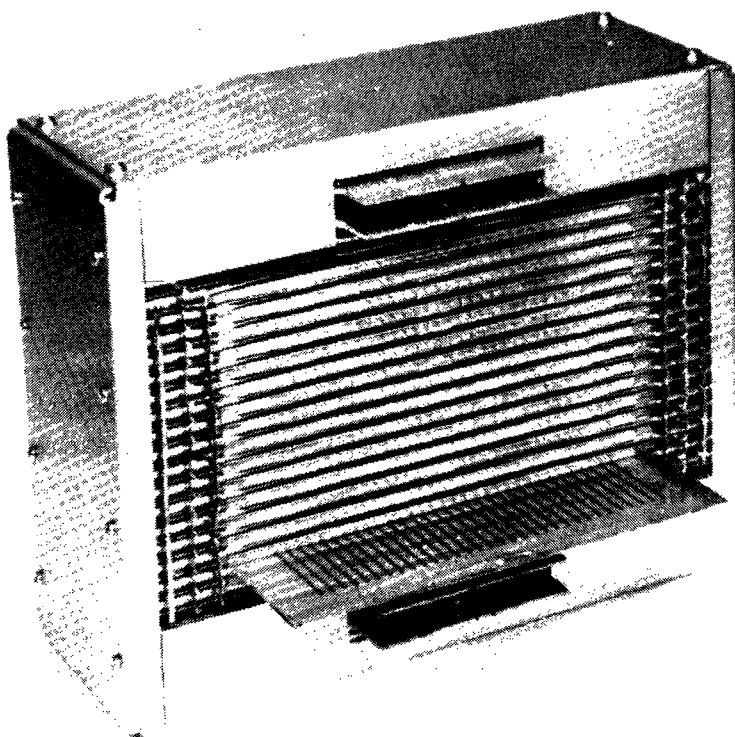


Fig. 7 Outward view of a magnetic composite wire memory module.

第6章 結 論

ツイスタワイヤ以上の高速読み出し半固定メモリ用複合磁性線を開発するには、複合磁性線が円周方向を磁化容易軸とする弱い磁気異方性をもつ必要があることを、まず計算によって明らかにした。次いで、線引法によって製作した複合磁性線にそのような磁気異方性を発生させるためには、磁性層の材料が若干負の磁歪をもつべきことを実験的に示した。さらにこの磁気異方性は複合磁性線の円周方向を縮み、線軸方向を伸びとする異方的な内部応力と負なる磁歪の結合により生じることを明らかにした。

次に半固定メモリに適合する複合磁性線を安定に製作するための諸条件を検討した。その結果、磁性層と芯部の間に非磁性のキュプロニッケル中間層を挿入することにより、磁性層の厚さを 2 μm まで欠陥なしに薄くすることが可能となり、しかも出力電圧が向上した。さらに、メモリ素子としての特性を良好ならしめるための磁性層の成分範囲、複合磁性線の加工および焼鈍条件を決定した。

以上の結果より、磁性層および中間層の厚さがともに 2 μm の複合磁性線を製作し、出力電圧の再現性および安定性を確認し、複合磁性線を半固定メモリへ適用することに成功した。

審 査 結 果 の 要 旨

電子交換機の半固定メモリーに用いられているツイスターの情報読み出しに、円周方向を磁化容易軸とする円筒状薄膜磁性線を用いるならば、より高速の読み出しが可能である。

本論文はこの点に着目し、管状磁性体と非磁性の心棒からなる複合体を線引きすることによって細線状複合磁性線を作り、その円周方向に安定な磁気異方性を付与し、メモリー素子としての諸特性を明らかにするとともに異方性の発生原因を詳細に検討したもので全篇 6 章よりなる。

第 1 章は緒論であり、半固定メモリー用素子の発展の歴史と本研究の意義について述べている。

第 2 章では、半固定メモリー磁性線の磁化容易方向を線軸および円周方向とした場合の磁気異方性の大きさと出力電圧対バイアス電流の関係を理論的に考察し、 5×10^2 erg/cc 程度の小さな円周磁気異方性をもった磁性線が素子としてのぞましいことを明らかにしている。

第 3 章では、上記磁性線開発のため、種々の基礎的な実験的検討を行った結果について述べている。検討の結果、銅合金 C Z C の芯部を管状モリブデン・パーマロイで包んだ複合体を中間線引き焼鈍をくり返し、最終加工率 99% で磁性層の厚さが $3 \sim 4 \mu\text{m}$ となるように細線を作り、それを $2.5 \sim 5 \text{ kg/mm}^2$ の張力を加えながら $500 \sim 600^\circ\text{C}$ の温度で最終焼鈍を施すと複合磁性線の磁化容易方向は円周方向となり、素子としての特性も安定であることを明らかにした。この結果は線引き法によって円周方向に磁化容易軸を付与しうることを初めて実験的に示したもので、計算機用磁気材料学上価値がある。

さらに本章では、線径方向の (200) 格子面間隔等を詳細に測定して円周方向が縮み、線方向が伸びた異方的な内部歪の存在を確かめ、異方性の発生原因がこの異方的な歪による応力 (約 $2 \times 10^9 \text{ dyne/cm}^2$) と磁歪 (約 -4×10^{-7}) の磁気弾性効果によるものであることを理論的にうらづけている。この結果は磁気物性工学に興味ある知見を加えたことになる。

第 4 章では、第 3 章の結果を基にして、磁性層の厚さが約 $3 \mu\text{m}$ の欠陥のない様な複合磁性線を製作するための諸条件を確立するために行った研究について述べている。ここで著者は芯部と磁性管の間にキュプロニッケルを挿入することが、表面きず、割れの防止、さらには出力電圧の改善に有効であることを見出している。

第 5 章では、複合磁性線の出力電圧の再現性、安定性を検討した後、8 万ビットの記憶モジュール 2 ケを含む複合磁性線半固定メモリー装置を試作し、それが安定に動作することを確認している。

第 6 章は結論である。

以上要するに、本論文は円周方向を磁化容易軸とする線引き複合磁性線の開発に成功し、その異方性の発生起因を明らかにしたもので、磁気材料並びに磁気物性工学に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。